

УДК 532.5

# ПОЛУЧЕНИЕ ЧЕШУЙЧАТОГО АЛЮМИНИЕВОГО ПОРОШКА И ЕГО СВОЙСТВА В СОСТАВЕ СМЕСЕВОГО МОДИФИЦИРОВАННОГО ДВУХОСНОВНОГО ТОПЛИВА НА ОСНОВЕ ПЕРХЛОРАТА АММОНИЯ

D.-Q. Wang<sup>1</sup>, H.-M. Yu<sup>1</sup>, J. Liu<sup>1</sup>, F.-S. Li<sup>1</sup>, X.-X. Jin<sup>2</sup>, S.-J. Zheng<sup>1</sup>,  
T.-T. Zheng<sup>2</sup>, Y. Li<sup>3</sup>, Z.-J. Zhang<sup>2</sup>, D. Li<sup>3</sup>, Z.-G. Lan<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Нанкинский научно-технологический университет, Нанкин 210094, Китай, jie.liu\_njust@126.com

<sup>2</sup>Шанхайский научно-исследовательский институт космических силовых установок, Хучжоу 313000 Китай

<sup>3</sup>Компания «Химическая промышленность Шаньси», Тайюань 030000, Китай

Из сферического алюминиевого порошка с помощью специальной мельницы с двумя вращающимися в противоположных направлениях элементами получен чешуйчатый алюминиевый порошок. Далее эти два типа алюминиевого порошка использовались для приготовления смесевых модифицированных двухосновных топлив на основе перхлората аммония. С целью сравнения эффективности топлив выполнено комплексное изучение их характеристик, которое включало в себя проведение экспериментов по термическому разложению, а также измерение механической чувствительности и скорости горения. Результаты показали, что температура экзотермического пика ниже в случае топлива с чешуйчатым алюминием. При замене сферического алюминия на чешуйчатый чувствительность топлива к удару и трению снизилась на 12 и 187 % соответственно. Кроме того, скорость горения топлива с чешуйчатым алюминием оказалась выше на 5.5 %.

Ключевые слова: смесевое модифицированное двухосновное топливо на основе ПХА, морфология алюминия, термическая стабильность, термическое разложение, механическая чувствительность, скорость горения.

DOI 10.15372/FGV20200608

## ВВЕДЕНИЕ

Смесевые модифицированные двухосновные топлива характеризуются высокой энергоемкостью, а также широким диапазоном скоростей горения. Поэтому во многих случаях отдается предпочтение именно им, а не традиционным двухосновным топливам [1–6]. Одним из важных компонентов топлив этого типа является перхлорат аммония (ПХА), который широко применяется в качестве окислителя. Смесевые модифицированные двухосновные топлива на основе ПХА в настоящее время относятся

к наиболее часто используемым твердым топливам, так как обладают высокими энергоемкостью и скоростью горения [7–11]. К сожалению, эти топлива имеют очень высокую чувствительность, что приводит к значительным трудностям в обеспечении безопасности при изготовлении, хранении и применении. Уменьшению чувствительности смесевых модифицированных двухосновных топлив на основе ПХА уделяется большое внимание [12–14]. В данных топливах часто используется, благодаря своим уникальным характеристикам, алюминиевый порошок [15–17]. От типа алюминиевого порошка во многом зависят характеристики и поведение топлива. Влияние алюминиевого порошка на свойства смесевых модифицированных двухосновных топлив на основе ПХА изучалось в работах [18–22].

В большинстве перечисленных исследований внимание фокусируется на изучении влияния сферического алюминиевого порошка. Од-

© Wang D.-Q.<sup>1</sup>, Yu H.-M.<sup>1</sup>, Liu J.<sup>1</sup>, Li F.-S.<sup>1</sup>, Jin X.-X.<sup>2</sup>, Zheng S.-J.<sup>1</sup>, Zheng T.-T.<sup>2</sup>, Li Y.<sup>3</sup>, Zhang Z.-J.<sup>2</sup>, Li D.<sup>3</sup>, Lan Z.-G.<sup>3</sup>, 2020.

<sup>1</sup>National Special Superfine Powder Engineering Research Center of China, School of Chemical Engineering, Nanjing University of Science and Technology, Nanjing, 210094 China. <sup>2</sup>Shanghai Space Propulsion Technology Research Institute, Huzhou, 313000 China. <sup>3</sup>Shanxi North Xing'an Chemical Industry Co. Ltd, Taiyuan, 030000 China.

нако сферический алюминиевый порошок недостаточно хорошо совместим с рассматриваемым типом топлив. При его использовании в процессе изготовления топлива возможно образование довольно больших дефектов, которые приводят к нестабильному горению топлива. Более того, при шнековом прессовании топлива частицы алюминия могут деформироваться, а затем образовывать пустоты, что приводит к неконтролируемому изменению характеристик горения и высокой чувствительности топлива. Наличие этих проблем ограничивает применение сферического алюминиевого порошка. Поэтому целью данной работы стало исследование влияния морфологии алюминиевого порошка на свойства смесевых модифицированных двухосновных топлив на основе ПХА. В нашем предыдущем исследовании было показано, что чешуйчатый алюминиевый порошок лучше, по сравнению со сферическим, промотирует термическое разложение ПХА [23]. В настоящей работе чешуйчатый алюминиевый порошок был добавлен в смесевое модифицированное двухосновное топливо на основе ПХА. Для сравнения было также изготовлено аналогичное топливо со сферическим алюминиевым порошком. Исследовались термическая стабильность, термическое разложение, механическая чувствительность и горение изготовленных топлив.

## 1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

### 1.1. Исходные материалы

Все химические вещества, использованные в экспериментах, дополнительно не очищались. Исходный алюминиевый порошок со сферическими частицами ( $d_{50} = 13$  мкм) был изготовлен Liaoning Gaizhou Metal Powder Factory of China. Химически чистый ПХА ( $d_{50} = 1.8$  мкм) произведен National Special Superfine Powder Engineering Research Center of China. Нитроцеллюлоза, нитроглицерин и другие компоненты топлива были предоставлены компанией Shanxi Xing'an Chemical Industry Co., Ltd of China.

### 1.2. Получение чешуйчатого алюминиевого порошка

Чешуйчатый алюминиевый порошок получен с помощью мельницы с двумя вращающимися в противоположных направлениях

элементами [24]. В качестве исходного сырья использовался алюминиевый порошок со сферическими частицами. К внутренней части барабана шаровой мельницы было добавлено перемешивающее устройство, вращающееся в противоположную сторону (относительно направления вращения барабана), что увеличило скорость движения мелющих шаров. Были улучшены трение, экструзия, сдвиговая деформация, повышена частота столкновений частиц внутри барабана и увеличена эффективная площадь, на которой происходит измельчение, что привело к повышению производительности. За один раз обрабатывалось 200 г алюминиевого порошка. Частота вращения барабана и дополнительного вращательного элемента поддерживалась в диапазоне  $60 \div 90$  об/мин. Диаметр используемых шаров из нержавеющей стали составлял 5 мм, а степень заполнения мельницы не превышала 65 %. Время измельчения составляло 7 ч. Чтобы предотвратить горение алюминия, весь процесс осуществлялся в среде аргона. После охлаждения до комнатной температуры порошок упаковывался в условиях вакуума.

### 1.3. Процедура приготовления образцов топлив

Топлива изготавливались по технологии шнековой экструзии. Массовое содержание компонентов следующее: нитроцеллюлоза —  $35.2 \pm 2.0$  %, нитроглицерин —  $25.2 \pm 2.0$  %, ПХА —  $30.0 \pm 2.0$  %, алюминий —  $5.0 \pm 1.0$  %. Все компоненты топлива аккуратно взвешивались в соответствии с указанным составом, помещались в соотношении по объему 1 : 1 в раствор этанола с ацетоном и энергично перемешивались до получения однородной массы. Подготовленная таким образом смесь прокатывалась и формовалась, тем самым завершался процесс приготовления двухосновного модифицированного смесевое топлива на основе ПХА.

### 1.4. Методика тестирования термической стабильности

До эксперимента образцы топлива помещались в вакуумную печь, где с целью удаления диспергатора выдерживались в течение 3 ч при температуре  $55$  °С и давлении  $9 \div 12$  кПа. Тестирование термической стабильности проводилось при температуре  $100$  °С в течение 48 ч. Масса каждого образца составляла 5 г.

Вследствие термического разложения топлива в ходе эксперимента выделялись газы, давление которых измерялось ртутным манометром. После эксперимента объем выделяющихся газов пересчитывался на нормальные условия (20 °С и 101.325 кПа). Пересчитанный таким образом объем газа использовался в качестве меры, характеризующей термическую стабильность топлив.

### 1.5. Методика изучения термического разложения

Термическое разложение образцов топлив изучалось методами дифференциальной сканирующей калориметрии и термогравиметрии с помощью термоанализатора TA Model Q600. Эксперименты по термическому разложению проводились в диапазоне температур 50 ÷ 500 °С при различных скоростях нагрева (5, 10, 15 и 20 °С/мин) в потоке азота (50 мл/мин). Образцы помещались в тигель из оксида алюминия. Масса образцов составляла 2.5 мг.

### 1.6. Методика тестирования механической чувствительности

Чувствительность к трению измерялась в рамках испытаний на трение скольжения при давлении прижатия 2.45 МПа. Для получения средней вероятности взрыва ( $P$ , %) проводилось 50 испытаний при температуре  $20 \pm 2$  °С и относительной влажности  $60 \pm 5$  %. Использовались образцы массой 20 мг. Измельченные порошки загружались в насыпном виде без прессования.

Чувствительность к удару измерялась на копре с грузом массой 5 кг. О чувствительности судили по высоте падения груза  $H_{50}$ , которая соответствует 50%-й вероятности взрыва. Среднее значение определялось по 25 зачетным опытам. Испытания проводились при температуре  $20 \pm 2$  °С и относительной влажности  $60 \pm 5$  %. Использовались образцы массой 35 мг. Измельченные порошки загружались в насыпном виде без прессования.

### 1.7. Методика измерения скорости горения

Скорость горения топлив определялась по времени сгорания цилиндрического образца диаметром 5 мм и длиной 150 мм. Плотность образцов составляла 1.66 г/см<sup>3</sup>. Скорость горения рассчитывалась как среднее значение пяти

измерений при давлении 10 МПа (в среде азота) и температуре 20 °С.

## 2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

### 2.1. Микрофотографии алюминиевых порошков и топлив

Морфология алюминиевых порошков и топлив изучалась с помощью сканирующего электронного микроскопа S-4800. Полученные микрофотографии показаны на рис. 1. Из рис. 1,а видно, что большинство частиц сферического алюминиевого порошка действительно имеют округлую форму. Средний размер частиц исходного алюминия около 13 мкм. Размер полученных чешуек варьировался от 1 до 45 мкм (см. рис. 1,б), что в среднем больше, чем размер сферических частиц, но при этом чешуйки намного тоньше. Удельная площадь поверхности чешуйчатых частиц ( $\approx 0.19$  м<sup>2</sup>/г) больше, чем сферических ( $\approx 0.17$  м<sup>2</sup>/г). Можно предположить, что увеличение удельной площади поверхности частиц алюминия улучшает теплообмен между компонентами топлива и лучше активизирует молекулы топлива. Разветвленность поверхности топлива со сферическим алюминием была больше, чем в случае топлива с чешуйчатым алюминием (см. рис. 1,в,г).

### 2.2. Термическая стабильность

При термическом разложении топлив при 100 °С удельный объем выделяющихся газов составил: для топлива со сферическим алюминием — 0.048 мл/г, с чешуйчатым алюминием — 0.042 мл/г. Видно, что при использовании чешуйчатого алюминиевого порошка количество газов ниже на 12.5 %. Это означает, что топливо с чешуйчатым порошком разлагается медленнее, т. е. термически более стабильно.

### 2.3. Характеристики термического разложения

Кривые термогравиметрии и дифференциальной термогравиметрии (ТГ-ДТГ) образцов топлив при скорости нагрева 20 °С/мин представлены на рис. 2. Из рисунка видно, что разложение топлив протекает в две стадии. Сначала происходит термическое разложение нитроцеллюлозы и нитроглицерина с образованием газообразных продуктов. Образующиеся

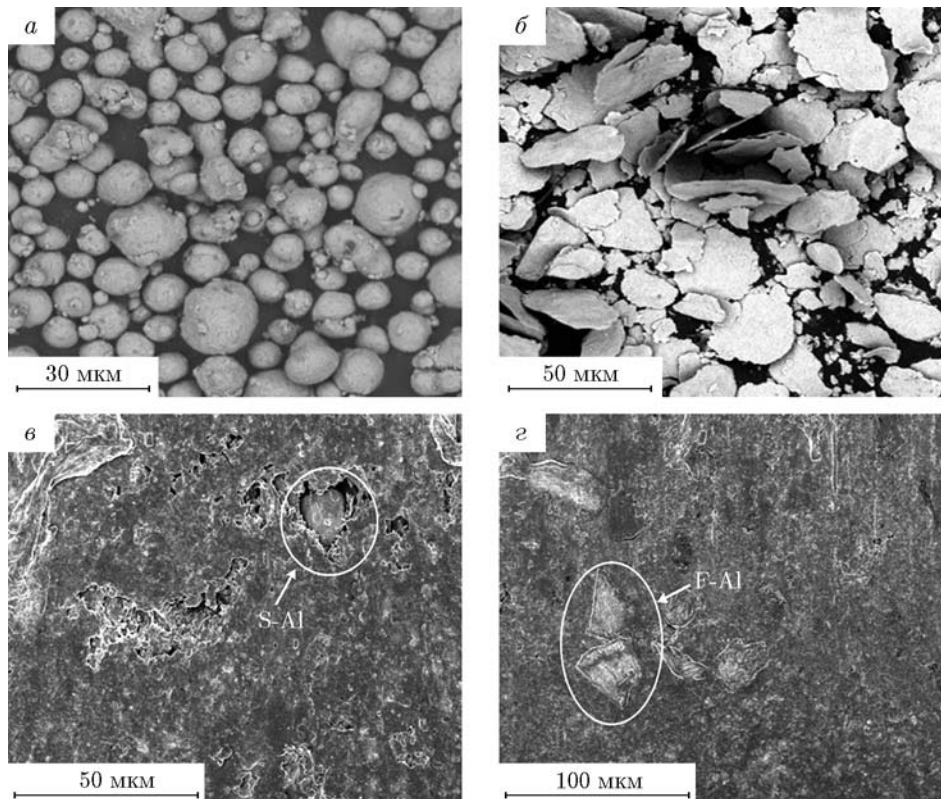


Рис. 1. Микрофотографии частиц сферического алюминиевого порошка (а) и чешуйчатого алюминиевого порошка (б), поверхностей топлива со сферическим алюминием (в) и с чешуйчатым алюминием (г)

при этом  $\text{NO}$  и  $\text{NO}_2$  ускоряют термическое разложение ПХА, что в свою очередь способствует дальнейшему разложению топлива. При замене сферического алюминия на чешуйчатый температура пика ДТГ понизилась на  $1.5\text{ }^\circ\text{C}$ .

Кривые дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), полученные для образцов обоих топлив при различных скоростях нагрева (5, 10, 15 и  $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$ ), показаны на рис. 3. С увеличением скорости нагрева температура экзотермического пика увеличивается. В случае топлива с чешуйчатым алюминием все значения температуры экзотермического пика меньше, чем у топлива со сферическим алюминием. Чешуйчатый алюминий имеет большую удельную площадь поверхности, поэтому из общих соображений можно предположить, что он поглощает больше реакционно-способных молекул на своей поверхности, что приводит к снижению температуры разложения.

Эффективная энергия активации ( $E_a$ , кДж/моль) и предэкспоненциальный множи-

тель ( $A$ ,  $\text{мин}^{-1}$ ) константы скорости термического разложения топлив были рассчитаны на основе экспериментальных данных, приведенных на рис. 3, с помощью метода Киссинджера [25]. Значения  $E_a$  и  $A$  определялись по коэффициенту наклона ( $E_a/R$ ) и по величине свободного члена  $\ln(A \cdot R/E_a)$  в уравнении регрессии

$$\ln(\beta/T_p^2) = -E_a/(R \cdot T_p) + \ln(A \cdot R/E_a),$$

где  $\beta$  — скорость нагрева,  $\text{K}/\text{мин}$ ,  $T_p$  — температура экзотермического пика на кривой ДСК,  $\text{K}$ ,  $R$  — универсальная газовая постоянная,  $8.314\text{ Дж}/(\text{моль} \cdot \text{K})$ . Результаты расчета  $E_a$  и  $A$  приведены в табл. 1.

Обозначим константы скорости  $k = A \exp(-E_a/RT)$  реакции разложения топлив со сферическим и чешуйчатым алюминием как  $k_1$  и  $k_2$  соответственно. Чтобы рассчитать характерную изокинетическую температуру  $T_{is}$  термического разложения исследуемых топлив, приравняем  $k_1$  и  $k_2$ . Используя значения  $E_a$  и  $A$  из табл. 1, получаем значение температуры  $392.9\text{ K}$  ( $119.7\text{ }^\circ\text{C}$ ). Простой расчет показыва-

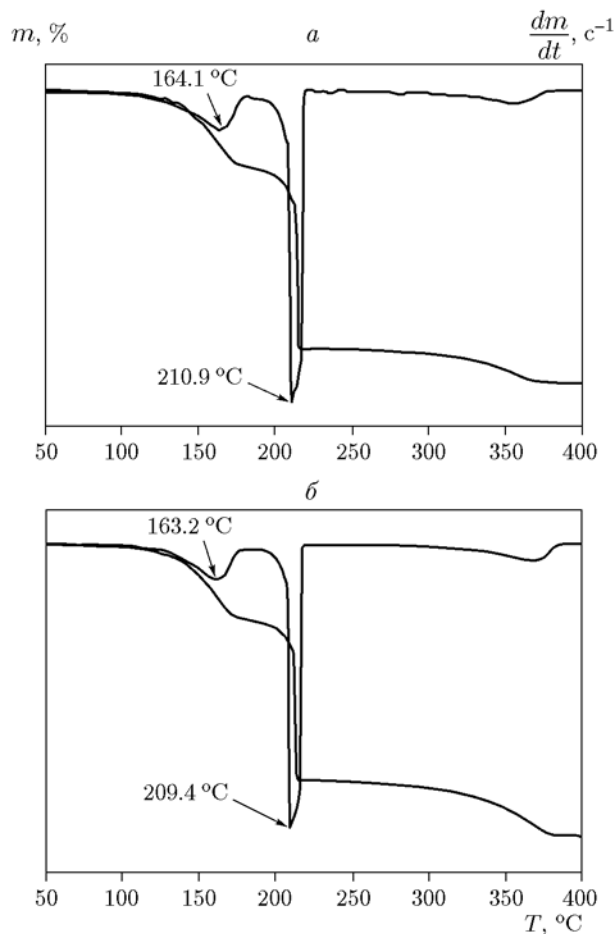


Рис. 2. Кривые ТГ-ДТГ для топлива со сферическим алюминием (а) и с чешуйчатым алюминием (б) при скорости нагрева  $20^\circ\text{C}/\text{мин}$

Таблица 1  
Кинетические параметры  
термического разложения топлив

Топливо	$E_a$ , кДж/моль	$A$ , $\text{мин}^{-1}$
Со сферическим алюминием	161.5	$2.043 \cdot 10^{17}$
С чешуйчатым алюминием	162.6	$2.861 \cdot 10^{17}$

ет, что при температурах ниже изокинетической константа скорости разложения топлива с чешуйчатым алюминием ниже константы скорости реакции топлива со сферическим алюминием. Это означает, что топливо с чешуйчатым алюминием термически более стабильно при температурах ниже  $119.7^\circ\text{C}$ , т. е. оно более безопасно при хранении и транспортировке,

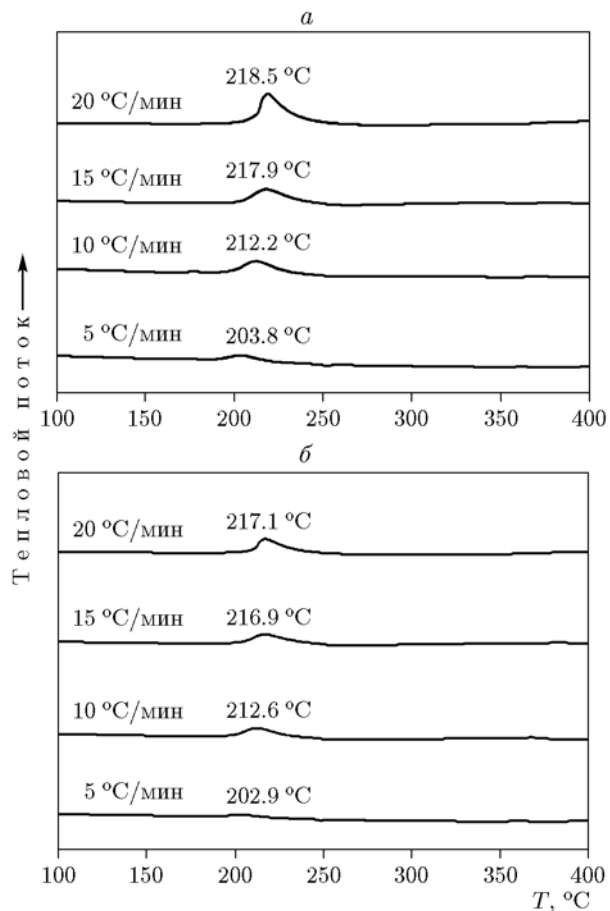


Рис. 3. Кривые ДСК для топлива со сферическим алюминием (а) и с чешуйчатым алюминием (б) при разных скоростях нагрева

чем топливо со сферическим алюминием.

#### 2.4. Анализ чувствительности топлив

Результаты определения механической чувствительности образцов исследуемых топлив приведены в табл. 2. Чувствительность к трению топлива с чешуйчатым алюминием составила  $P = 88\%$ , что ниже, чем у топлива со сферическим алюминием. Чувствительность к удару топлива со сферическим алюминием ( $H_{50} = 26.7$  см) оказалась значительно выше, чем у топлива с чешуйчатым алюминием ( $H_{50} = 9.3$  см), т. е. при замене сферического алюминия на чешуйчатый чувствительность к удару уменьшилась на 12%, а чувствительность к трению снизилась на 187%.

По сравнению со сферическими, чешуйчатые частицы являются довольно гибкими и имеют большую удельную площадь поверхности. В этом случае трение при контакте с дру-

Таблица 2  
Чувствительность к удару и трению  
исследуемых образцов топлив

Топливо	$P$ , %	$H_{50}$ , см
Со сферическим алюминием	100	9.3
С чешуйчатым алюминием	88	26.7

гими компонентами топлива ослабевают и менее интенсивно образуются гетерогенные выступы внутри топлива. Соответственно, вследствие трения или удара формируется меньше горячих точек. При использовании сферического алюминия возможно образование локальных дефектов внутри топлива и легко образуются горячие точки. Поэтому при введении в топливо чешуйчатого алюминия вместо сферического чувствительность топлива снижается.

## 2.5. Скорость горения топлив

При замене сферического алюминия на чешуйчатый скорость горения топлива увеличивается на 5.5 % — с 55 до 58 мм/с.

По сравнению с чешуйчатым, сферический алюминий характеризуется меньшей удельной площадью поверхности и плохой совместимостью с топливным составом. Последнее может привести к образованию дефектов в процессе изготовления топлива и, как следствие, к нестабильному его горению. Чешуйки имеют большую площадь поверхности, поэтому они лучше связываются с остальными компонентами топлива, что способствует большей однородности микроструктуры топлива. Поэтому топливо с чешуйчатым алюминием может иметь более высокую скорость передачи тепла, чем топливо со сферическим алюминием, что благоприятно отражается на процессе горения.

## ВЫВОДЫ

С помощью специальной мельницы с двумя вращающимися элементами был успешно получен чешуйчатый алюминиевый порошок, и изготовлено смесевое модифицированное двухосновное топливо на основе перхлората аммония с добавкой этого порошка. Были исследованы микроструктура топлива, его термическая стабильность, параметры термического разложения, механическая чувствительность и ха-

рактеристики горения, а также проведено сравнение с аналогичным топливом, содержащим сферический алюминий.

(1) Микрофотографии, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа, показывают, что топливо с чешуйчатым алюминиевым порошком имеет более низкую пористость. Вместе с более высокой удельной площадью поверхности чешуйчатого алюминия это повышает теплопроводность топливной смеси. Кроме того, чешуйчатый алюминий улучшает термическую стабильность и повышает скорость горения топлива.

(2) Добавление чешуйчатого алюминия снижает механическую чувствительность топлива. Это открывает новый путь для улучшения ситуации в области безопасности процессов производства, хранения и применения смесевых модифицированных двухосновных топлив на основе ПХА.

Кроме того, благодаря большей удельной площади поверхности и уникальной морфологии, чешуйчатый алюминий имеет хорошие перспективы применения и в других областях, что требует проведения дальнейших исследований.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Национального фонда естественных наук Китая (NSFC, 51606102).

Конфликт интересов отсутствует.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Yi J. H., Zhao F. Q., Wang B. Z., et al. BTATz — HNIW — CMDB propellants: decomposition reaction kinetics and thermal safety // J. Therm. Anal. Calorim. — 2014. — V. 115, N 2. — P. 1227–1234.
2. Liu Y., Jiang Y. T., Zhang T. L., et al. Thermal kinetic performance and storage life analysis of a series of high-energy and green energetic materials // J. Therm. Anal. Calorim. — 2015. — V. 119, N 1. — P. 659–670.
3. Zheng W., Wang J., Ren X., et al. An investigation on thermal decomposition of DNTF — CMDB propellants // Propell., Explos., Pyrotech. — 2007. — V. 32, N 6. — P. 520–524.
4. Xing X. L., Zhao F. Q., Ma S. N., et al. Thermal decomposition behavior, kinetics, and thermal hazard evaluation of CMDB propellant containing CL-20 by microcalorimetry // J. Therm. Anal. Calorim. — 2011. — V. 110, N 3. — P. 1451–1455.
5. Jin B., Peng R., Zhao F., et al. Combustion effects of nitrofulleropyrrolidine on RDX-CMDB propellants // Propell., Explos., Pyrotech. — 2014. — V. 39, N 6. — P. 874–880.

6. **Sun C., Xu J., Chen X., et al.** Strain rate and temperature dependence of the compressive behavior of a composite modified double-base propellant // *Mech. Mater.* — 2015. — V. 89. — P. 35–46.
7. **Elbasuney S., Fahd A., Mostafa H. E.** Combustion characteristics of extruded double base propellant based on ammonium perchlorate/aluminum binary mixture // *Fuel.* — 2017. — V. 208. — P. 296–304.
8. **Kohga M.** Burning rate characteristics of ammonium perchlorate-based composite propellant using bimodal ammonium perchlorate // *J. Propul. Power.* — 2008. — V. 24, N 3. — P. 499–506.
9. **Asthana S. N., Divekar C. N., Khare R. R., et al.** Thermal behaviour of AP based CMDB propellants with stabilizers // *Def. Sci.* — 2013. — V. 42. — P. 201–204.
10. **Shioya S., Kohga M., Naya T.** Burning characteristics of ammonium perchlorate-based composite propellant supplemented with diatomaceous earth // *Combust. Flame.* — 2014. — V. 161, N 2. — P. 620–630.
11. **Bhat V. K., Singh H., Khare R. R., et al.** Burning rate studies of energetic double base propellants // *Def. Sci.* — 2014. — V. 36. — P. 71–75.
12. **Choudhari M. K., Dhar S. S., Shrotri P. G., et al.** Effect of high energy materials on sensitivity of composite modified double base CMDB propellant system // *Def. Sci.* — 2013. — V. 42. — P. 253–257.
13. **Li X., Liu X., Cheng Y., et al.** Thermal decomposition properties of double-base propellant and ammonium perchlorate // *J. Therm. Anal. Calorim.* — 2014. — V. 115, N 1. — P. 887–894.
14. **Gore G. M., Nazare A. N., Divekar C. N., et al.** Studies on nonaluminized high burning rate AP-composite propellants // *J. Energ. Mater.* — 2004. — V. 22. — P. 151–169.
15. **Galfetti L., de Luca L. T., Severini F., et al.** Nanoparticles for solid rocket propulsion // *J. Phys.: Condens. Matter.* — 2006. — V. 18, N 33. — P. S1991–S2005.
16. **Babuk V. A., Vasiliev V. A., Sviridov V. V.** Propellant formulation factors and metal agglomeration in combustion of aluminized solid rocket propellant // *Combust. Sci. Technol.* — 2001. — V. 163, N 1. — P. 261–289.
17. **Gnanaprakash K., Chakravarthy S. R., Sarathi R.** Combustion mechanism of composite solid propellant sandwiches containing nano-aluminium // *Combust. Flame.* — 2017. — V. 182. — P. 64–75.
18. **Dokhan A., Price E. W., Seitzman J. M., et al.** The effects of bimodal aluminum with ultrafine aluminum on the burning rates of solid propellants // *Proc. Combust. Inst.* — 2002. — V. 29, N 2. — P. 2939–2946.
19. **Moore K., Pantoya M. L., Son S. F.** Combustion behaviors resulting from bimodal aluminum size distributions in thermites // *J. Propul. Power.* — 2007. — V. 23, N 1. — P. 181–185.
20. **Kumari A., Kurva R., Jain S., et al.** Evaluation of nanoaluminum in composite propellant formulation using bicurative system // *J. Propul. Power.* — 2015. — V. 31, N 1. — P. 393–399.
21. **Armstrong R. W., Baschung B., Booth D. W., et al.** Enhanced propellant combustion with nanoparticles // *Nano Letters.* — 2003. — V. 3, N 2. — P. 253–255.
22. **Stephens M., Sammet T., Petersen E., et al.** Performance of ammonium-perchlorate-based composite propellant containing nanoscale aluminum // *J. Propul. Power.* — 2010. — V. 26, N 3. — P. 461–466.
23. **Zheng S. J., Liu J., Wang Y. K., et al.** Effect of aluminum morphology on thermal decomposition of ammonium perchlorate // *J. Therm. Anal. Calorim.* — 2018. — V. 134, N 1. — P. 1823–1828.
24. **Li F. S.** Bi-directional rotation mill: Chinese Patent: ZL 200610096755.1. — 2006.
25. **Kissinger H. E.** Reaction kinetics in differential thermal analysis // *J. Anal. Chem.* — 1957. — V. 29, N 11. — P. 1702–1706.

*Поступила в редакцию 17.07.2019.*

*После доработки 25.02.2020.*

*Принята к публикации 15.05.2020.*